

ISGC'01

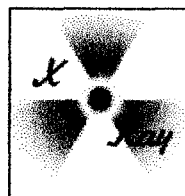
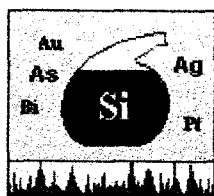


IRKUTSK, JULY 23-27, 2001

RUSSIAN ACADEMY OF SCIENCES
Scientific council of analytical chemistry
SIBERIAN BRANCH
Institute of Geochemistry
Institute of Earth's Crust
Institute of Inorganic Chemistry
United Institute of Geology, Geophysics and Mineralogy

**THE SECOND
INTERNATIONAL
WORKSHOP SIBERIAN
GEOANALYTICAL
SEMINAR
«I N T E R S I B G E O C H E M '01»
July 24-26, 2001, Irkutsk, Russia**

ABSTRACTS



Irkutsk 2001

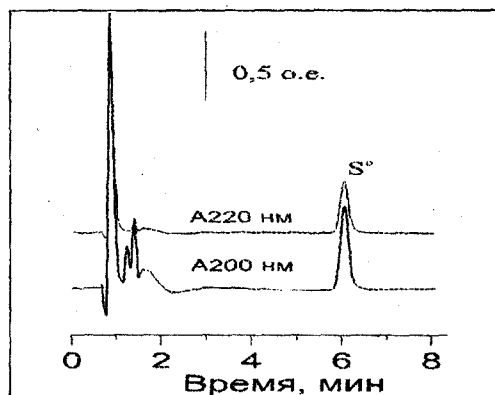
Применение метода ВЭЖХ для анализа элементной серы в донных осадках

А.Г.Горшков, И.Н.Азарова, Г.И.Барам

Лимнологический институт СО РАН,
664033, Иркутск-33, а/я 4199
E-mail: agg@lin.irk.ru

Сера благодаря своим уникальным химическим свойствам является очень чувствительным индикатором физико-химических условий образования и диагенеза донных отложений. Поскольку сера может существовать как в предельно окисленном, так и в предельно восстановленном состоянии, в осадке она встречается в виде сульфатов SO_4^{2-} , сульфидов S^{2-} , а также элементной серы S^0 и может входить в состав органических соединений. Классический метод анализа, позволяющий определить все основные формы соединений серы, является очень трудоемким и имеет ряд недостатков. Так, из-за возможного завышения содержания S^0 при подкислении пробы на первом этапе при определении сульфидов, анализ S^0 рекомендуется проводить из отдельной навески путем ее экстракции из осадка ацетоном. Последующее количественное измерение предполагает использование гравиметрического, титриметрического или фотометрического метода после перевода S^0 в удобные для определения формы – SO_4^{2-} , SCN^- , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ или S^{2-} .

В растворах органических растворителей определение S^0 возможно и хроматографическими методами, но только метод ВЭЖХ дает возможность регистрировать циклы серы с различным числом атомов, находящихся в «нативном» виде. Наш опыт исследования донных отложений оз.Байкал показал, что ВЭЖХ легко адаптируется для определения S^0 . Особо следует отметить, что применение ВЭЖХ дает возможность проводить подготовку пробы по более простой схеме и при содержании S^0 не менее 4 мкг/г (на сухой осадок) анализировать необработанные ацетоновые экстракты путем прямого ввода в колонку хроматографа.



Ацетоновый экстракт керна донных отложений (горизонт 168-173 см, Южный Байкал, VER 99-2 St 6, GC, N 52°05'20''; E 105°50'26''). Пик элементной серы, $t_R=6.0\pm 0.2$ мин, S_{220}/S_{200} 0.593 ± 0.011 . Содержание S^0 1.0 ± 0.4 мг/г.

Микроколоночный жидкостный хроматограф "Миличром А-02" (ЗАО "ЭкоНова", Новосибирск, Россия [1]), колонка (2 x 75 мм) с сорбентом Nucleosil 100-5 C_{18} PAH (Machery-Nagel, Германия). Подвижная фаза: ацетонитрил:вода (75:25), скорость расхода элюента 0.2 мл/мин, температура колонки 45 °С, одновременное фотометрическое детектирование при 200 и 220 нм, объем пробы 10 мкл.

Условия изократического элюирования позволяют с высоким разрешением отделить пик серы от пиков сопутствующих компонентов экстракта, а двухволновая детекция - провести его идентификацию с высокой степенью достоверности. Хроматография на микроколоне на порядок повышает чувствительность и при детектировании в области 200-220 нм предел обнаружения серы составляет 5 нг/пик при соотношении сигнал:шум = 3:1. Количественное измерение характеризуется высокой воспроизводимостью результатов анализа. Относительное стандартное отклонение определения элементной серы в гомогенизированном материале донных отложений (S_r) = 5.6 %.

Полученные данные по содержанию S^0 свидетельствуют о значительной неоднородности ее распределения в кернах донных отложений оз.Байкал, от 4 до 1200 мкг/г (на сухой осадок), причем не только о макронеоднородности, но и о значительной микронеоднородности отдельного взятого слоя керна. Поэтому формирование пробы путем отбора только части негомогенизированного слоя приводит к широким доверительным интервалам результатов анализа. На этом основании предложены два способа отбора. Первый заключается в делении керна на шагом в 1 см и менее и экстракции серы из всего выделенного слоя. Вторым вариантом предполагает тщательное усреднение исследуемого участка керна перед отбором материала для анализа.